## CERAMIC MATERIAL AND ITS PRODUCTION

Publication number: JP2000119080
Publication date: 2000-04-25

Inventor:

SAKAI TAKEKAZU; YAMAMURA TAKU

Applicant:

**FURUKAWA CO LTD** 

**Classification:** 

- international:

H01L21/683; C04B35/581; C04B41/50; C04B41/80; C04B41/87; H01L21/67; C04B35/581; C04B41/45; C04B41/80; C04B41/87; (IPC1-7): C04B41/87;

C04B35/581; C04B41/80; H01L21/68

- European:

C04B41/50P10

Application number: JP19980289638 19981012 Priority number(s): JP19980289638 19981012

Report a data error here

#### Abstract of JP2000119080

PROBLEM TO BE SOLVED: To impart good thermal conductivity, electric insulation and excellent corrosion resistance to a ceramic material by forming an oxide layer of a specific thickness on the surface of a base body made of aluminum nitride. SOLUTION: A base body made of sintered aluminum nitride is subjected to thermal oxidation treatment in the air at 900-1,000 deg.C for 1-50 hours to form an oxide layer of 0.5-2.0 &mu m thickness on its surface. The aluminum nitride to be used as a base body is not particularly limited, but preferably has high purity and high density. The formation of the oxide layer 2 inhibits the formation of aluminum hydroxide caused by immersion of base body in pure water or an alkaline washing water. In addition, the corrosion by fluorine gas or chlorine gas in a plasma atmosphere is inhibited and the treated products are suitably useful as a wafer holder in the process of CVD or dry etching with no anxiety that the substance forming the oxide layer is peeled off and sticks thereto in the form of particles.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

# (19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-119080 (P2000-119080A)

(43)公開日 平成12年4月25日(2000.4.25)

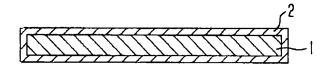
(51) Int.Cl.7	識別配号	FΙ	テーマコート*(参考)		
C 0 4 B 41/87		C 0 4 B 41/87	M 4G001		
35/581		41/80	A 5F031		
41/80		H01L 21/68	N		
H01L 21/68		C 0 4 B 35/58	1 0 4 Y		
		審查請求未請求	請求項の数2 OL (全 4 頁)		
(21)出顧番号	特願平10-289638	(71)出願人 00016:97	(71)出顧人 00016:974		
	•	古河機械	金属株式会社		
(22) 出顧日	平成10年10月12日(1998.10.12)	東京都千	代田区丸の内2 5目6番1号		
		(72)発明者 境 豪一			
		栃木県上	都賀郡足尾町遠 下2982番地 古河		
		機械金属	株式会社足尾箔化成工場内		
		(72)発明者 山村 卓			
		栃木県上	都賀郡足尾町遺下2982番地 古河		
		機械金属	株式会社足尾箔化成工場内		
		(74)代理人 10006698	80		
		弁理士	森 哲也 (外4名)		
		Fターム(参考) 4Q001 BB09 BB36 BC71 BD03 BD23			
			BD37 BD38 BE11 BE32		
		5F03	B1 CAO2 EAO1 HA62 MA28 MA32		

# (54) 【発明の名称】 セラミックス部材およびその製造方法

## (57)【要約】

【課題】CVD装置やドライエッチング装置のウエハ保持器等として好適な、熱伝導性や電気絶縁性が良好で耐食性にも優れたセラミックス部材を提供する。

【解決手段】窒化アルミニウム焼結体からなる基体 1 の表面に、厚さが 0 . 5  $\mu$  m以上 2 . 0  $\mu$  m以下の酸化層 2 を形成する。



# 【特許請求の範囲】

【請求項1】 窒化アルミニウム焼結体からなる基体の表面に、厚さが0.5μm以上2.0μm以下の酸化層を有することを特徴とするセラミックス部材。

【請求項2】 窒化アルミニウム焼結体からなる基体を、大気中で900℃以上1000℃以下の温度に1時間以上50時間以下保持する熱酸化処理を行うことにより、前記基体の表面に酸化層を形成することを特徴とするセラミックス部材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体装置製造の ウエハ処理工程で使用されるCVD装置やドライエッチ ング装置のウエハ保持器等として好適な、熱伝導性およ び電気絶縁性が良好で、耐食性に優れたセラミックス部 材に関する。

#### [0002]

【従来の技術】半導体装置製造のウエハ処理工程で使用されるCVD装置やドライエッチング装置には、処理室内でウエハを保持するためのウエハ保持器(サセプタ)が設けてあり、従来はアルミナ(A12O3)焼結体からなるサセプタが用いられている。

【0003】しかしながら、アルミナは熱伝導率が低く、アルミナとシリコン(Si)との熱膨張率の差が大きいため、ウエハの大口径化、処理温度の高温化、急熱・急冷処理の要求等に伴い、アルミナ製のサセプタには、保持したシリコンウエハがスリップする、シリコンウエハが不均一に加熱される、熱応力により割れるという問題点がある。

【0004】そのため、熱伝導率が高く、熱膨張率がシリコン(Si)と同程度である窒化アルミニウム(A1N)焼結体でサセプタを形成することが提案されている。窒化アルミニウム焼結体製のサセプタによれば、保持したシリコンウエハがスリップする恐れがないし、シリコンウエハを均一に加熱でき、熱応力による割れも生じない。

## [0005]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、窒化アルミニウム焼結体からなるサセプタには、洗浄工程で使用される純水やアルカリ性溶液と窒化アルミニウムが反応して、表面に水酸化アルミニウムが生成し、この水酸化アルミニウムが装置稼働時に剥離してウエハにパーティクルとして付着する恐れがあるという問題点がある。【0006】また、近年のウエハ処理工程においては、フッ素系ガスや塩素系ガスを用いたプラズマCVDやプラズマエッチングを行っているが、窒化アルミニウム焼結体からなるサセプタを用いると、以下のような問題点が生じる。

【0007】すなわち、フッ素系ガスや塩素系ガスによるプラズマを利用した成膜およびエッチング中に、サセ

プタをなす窒化アルミニウムの表面にアルミニウムのフッ化物や塩化物が生成する。フッ化アルミニウムは、窒化アルミニウムの表面に保護膜として存在するため窒化アルミニウムの腐食を抑制するが、比較的多量に形成されるためウエハにパーティクルとして付着する恐れがある。塩化アルミニウムは蒸気圧が高く、昇華と生成を繰り返すことから保護膜とはならないため、窒化アルミニウムの腐食が進行する。

【0008】本発明は、このような従来技術の問題点に 着目してなされたものであり、CVD装置やドライエッ チング装置のウエハ保持器等として好適な、熱伝導性お よび電気絶縁性が良好で、耐食性に優れたセラミックス 部材を提供することを課題とする。

## [0009]

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、本発明は、窒化アルミニウム焼結体からなる基体の表面に、厚さが $0.5\mu$ m以上 $2.0\mu$ m以下の酸化層を有することを特徴とするセラミックス部材を提供する。

【0010】前記酸化層は、窒化アルミニウム焼結体からなる基体を、大気中で900℃以上1000℃以下の温度に1時間以上50時間以下保持する熱酸化処理を行うことにより形成することができる。

【0011】基体をなす窒化アルミニウムは特に限定されないが、高純度で高密度のものを使用することが好ましい。また、均熱性が要求される部材には焼結助剤が添加された高熱伝導品を、耐食性が要求される部材には焼結助剤が添加されていないものを使用することが好ましい。

【0012】本発明のセラミックス部材によれば、酸化 層のない窒化アルミニウム焼結体からなる部材と比較し て、純水やアルカリ性洗浄液に浸漬した際に表面に水酸 化アルミニウムが生成することが抑制される。また、フ ッ素系ガスや塩素系ガスによるプラズマ雰囲気内で使用 された場合に、表面の酸化層が腐食され難いとともに、 表面の酸化層をなす物質が剥離して、プラズマ雰囲気内 のウエハにパーティクルとして付着する恐れもない。さ らに、厚さが0.5μm以上2.0μm以下の酸化層を 有していても、基体をなす窒化アルミニウム焼結体が有 する良好な熱伝導性および電気絶縁性は損なわれない。 【0013】前記酸化層の厚さが0.5μm未満である と、水やアルカリ洗浄液に対する腐食性および塩素系ガ スによるプラズマ雰囲気内での耐食性が不十分である。 前記酸化層の厚さが2.0μmを超えると、窒化アルミ ニウム焼結体からなる基体と酸化層との膨張率の差によ り、加熱時、特に急熱・急冷が行われる時に酸化層にク ラックが発生しやすい。酸化層にクラックが発生する と、酸化層の存在による耐食性の向上効果が低下すると ともに、酸化層の剥離が生じてウエハに対するパーティ クル付着の原因となる恐れがある。

#### [0014]

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施形態について 説明する。

【0015】50mm×50mm×1mmの大きさの窒化アルミニウム焼結体に対して、下記の表1に示す各条件で大気圧下での熱酸化処理を行うことにより、この窒化アルミニウム焼結体の全表面に各厚さで酸化層を形成した。使用した窒化アルミニウム焼結体は、焼結助剤としてY203を5重量%添加し、非酸化性雰囲気にて1800℃で4時間保持することにより得られたもの(相対密度99%以上)を前記形状に切り出したものである。

【0016】このようにして、図1に示すような、窒化アルミニウム焼結体からなる基体1の全表面に酸化層2を有するセラミックス部材の各試験体(実施例1~9および比較例2~5)を得た。なお、比較例1の試験体と

して、前記窒化アルミニウム焼結体に対して熱酸化処理 を行わないものを用意した。熱酸化処理された試験体を 切断して切断面のSEM写真を撮り、酸化層の厚さを測 定した。厚さの測定結果も下記の表1に示す。

【0017】各試験体を60℃に保持された純水中に48時間浸漬して、浸漬前後の重量変化を調べるとともに、浸漬後の表面に水酸化物が形成されているかどうかを、目視およびX線回折により調べた。また、得られた各試験体を、三フッ化塩素( $C1F_3$ )ガスが $2\sim3$  m Torr存在している温度500℃の雰囲気中に、30時間放置する耐 $C1F_3$ ガステストを行い、このテスト前後の重量変化を調べた。また、このテストを行った後の表面状態をSEMで観察することにより調べた。

【0018】これらの結果を下記の表1に併せて示す。 【0019】

#### 【表1】

		熱処理条件		酸化層	浸	水テスト	耐CLF3カステスト	
		温度(℃)	時間(h)	厚み	重量変化(%)	表面状態	重量変化(%)	
実施例	1	900	1	( <u>µ m</u> ) 0.5	0.0	(水配化物の有無)	ļ	
	2		20	0.9		良好(なし)	0.0	良好
	3		50	1.3				
	4	950	1	0.5				
	5		20	1.2				
	6		50	1.7				
	7	1000	1	0.6				
	-8		20	1.5				
	9		50	2.0				
比較例	1_1_	熱処理なし		0.0	3.8		1.0	
	2	650	50	Ù.2	2.9	不良(あり)	0.7	腐食
	3	800	50	0.4	3.0		0.6	
	4	1100	1	2.2	0.0 良好(なし)	0.3	表面にクラック発生	
	5		10	3.8		, -		

この表に示すように、窒化アルミニウム焼結体からなる 基体を、大気中で900℃以上1000℃以下の温度に 1時間以上50時間以下保持する熱酸化処理を行うこと により、前記基体の表面に厚さが0.5μm以上2.0 μm以下の酸化層を形成できることが分かる。

【0020】また、試験結果から分かるように、厚さが 0.5  $\mu$ m以上2.0  $\mu$ m以下の酸化層を有する実施例 1~9の試験体は、耐水性および耐C1F3が入性が良好であった。これに対して、酸化層を有さない比較例1 および酸化層の厚さが0.5  $\mu$ m未満である比較例2,3は、耐水性および耐C1F3が入性において問題があり、酸化層の厚さが2.0  $\mu$ mを超える比較例4,5 は、耐水性は良好であるが耐C1F3がステスト後の表面にクラックが生じていた。

【0021】したがって、CVD装置やドライエッチング装置のウエハ保持器を、本発明のセラミックス部材からなるものとすれば、熱伝導性および電気絶縁性が良好で、フッ素系ガスや塩素系ガスを用いたプラズマCVDやプラズマエッチングでの耐食性にも優れたウエハ保持器が得られる。また、このウエハ保持器によれば、表面

の酸化層をなす物質が剥離してウエハにパーティクルと して付着する恐れもない。

【0022】なお、本発明のセラミックス部材は、ウエハ保持器だけではなく、フッ素系ガスや塩素系ガスによるプラズマ雰囲気でウエハ処理のために使用される他の部品としても好適である。また、酸化層は必ずしも基体の全表面に形成されている必要はなく、耐食性が必要な表面およびこれに連続する面の全てに形成されていればよい。

#### [0023]

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、 CVD装置やドライエッチング装置のウエハ保持器等と して好適な、熱伝導性および電気絶縁性が良好で耐食性 にも優れたセラミックス部材が得られる。

# 【図面の簡単な説明】

【図1】実施形態で形成したセラミックス部材の試験体を示す概略断面図である。

#### 【符号の説明】

- 1 窒化アルミニウム焼結体からなる基体
- 2 酸化層

!(4) 000-119080 (P2000-119080A)

【図1】

